

Rec'd PCT/PTO 23 JUN 2005
PCT/JP2004/015030
10/540480
13.10.2004

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

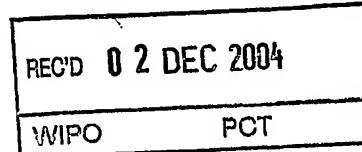
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2003年10月16日

出願番号
Application Number: 特願2003-356750
[ST. 10/C]: [JP2003-356750]

出願人
Applicant(s): 三菱電機株式会社

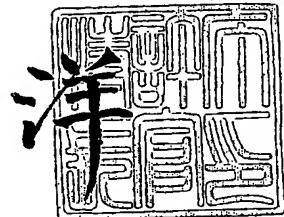


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年11月18日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小川



出証番号 出証特2004-3104751

【書類名】 特許願
【整理番号】 547536JP01
【提出日】 平成15年10月16日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C10M173/02
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内
 【氏名】 鶴田 明三
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内
 【氏名】 濱保 昌之
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内
 【氏名】 河嶋 貴文
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内
 【氏名】 西田 博一
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内
 【氏名】 富永 尚史
【特許出願人】
 【識別番号】 000006013
 【氏名又は名称】 三菱電機株式会社
【代理人】
 【識別番号】 100057874
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 曽我 道照
【選任した代理人】
 【識別番号】 100110423
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 曽我 道治
【選任した代理人】
 【識別番号】 100084010
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 古川 秀利
【選任した代理人】
 【識別番号】 100094695
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 鈴木 憲七
【選任した代理人】
 【識別番号】 100111648
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 梶並 順
【選任した代理人】
 【識別番号】 100118072
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 醍醐 美知子
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 000181
 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】	特許請求の範囲 1
【物件名】	明細書 1
【物件名】	図面 1
【物件名】	要約書 1

【書類名】特許請求の範囲

【請求項1】

砥粒及び塩基性物質を含有するシリコンインゴット切削用スラリーにおいて、前記塩基性物質の含有量が、前記スラリーの液体成分全体の質量に対して少なくとも35質量%であること、前記スラリーが、前記スラリーの液体成分中の水分に対して質量比で0.5～5.0の有機アミンを含有すること、及び前記スラリーのpHが12以上であることを特徴とするシリコンインゴット切削用スラリー。

【請求項2】

砥粒及び塩基性物質を含有するシリコンインゴット切削用スラリーを用いてシリコンインゴットを切断する方法において、前記塩基性物質の含有量が、前記スラリーの液体成分全体の質量に対して少なくとも35質量%であること、前記スラリーが、前記スラリーの液体成分中の水分に対して質量比で0.5～5.0の有機アミンを含有すること、前記スラリーのpHが12以上であること、及び前記スラリーを65℃～95℃で使用することを特徴とするシリコンインゴットの切断方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】シリコンインゴット切削用スラリー及びそれを用いるシリコンインゴットの切削方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、半導体用及び太陽電池用のウエハを製造するために、単結晶、多結晶又はアモルファスのシリコンインゴットを切削する際に使用するシリコンインゴット切削用スラリー及びそれを用いるシリコンインゴットの切削方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、シリコンインゴットの切削には、小さい切削代および均一な厚さで切削することや一度に多数枚のウエハを切削することができるワイヤーソーが用いられている。このワイヤーソーを用いたシリコンインゴットの切削は、走行するワイヤーにシリコンインゴットを押し付けつつ、その切削界面に砥粒を含む切削用スラリーを導入することによって行なっている。このようなワイヤーを用いたシリコンインゴットの切削においては、高いウエハ品質を維持すると共に、切削速度を向上させ、切削代や切削ピッチを小さくして、ウエハ加工費を削減することが要求されている。

【0003】

高いウエハ品質を維持するためには、切削用スラリー中の砥粒の分散性を高め、切削性能を常に一定に保つ必要がある。このため、キサンタンガムやポリビニルアルコールのような増粘剤を切削用スラリーに添加して粘度を高め、砥粒の沈降を抑制することが行われている。しかし、このような切削用スラリーを使用して切削加工を長時間行なうと、スラリー粘度が更に高くなるので、切削抵抗が増大して切削速度が低下したり、ワイヤーが破断する。

【0004】

一方、切削代を小さくするには、ワイヤー径を小さくすればよいが、その分ワイヤーの破断強度が低下するため、ワイヤーに掛かる張力を小さくする必要がある。張力を小さくすると、切削界面における砥粒の分散不良から切削抵抗が増大してワイヤーの変位（撓み）が大きくなるので、切削速度が低下したり、ウエハの反り、厚さむら、微小な凹凸（ソーマーク）が発生し、ウエハの品質が低下する。また、無理にインゴットの送り速度を高めると、ワイヤーに大きな張力が生じるため、結果としてワイヤーの破断を生じる。また、切削ピッチを小さくしてウエハを薄くすると、切削抵抗によってウエハに微小なクラックが発生したり、切削加工中にウエハが保持部材から脱落したりする。

従って、高いウエハ品質を維持すると共に、切削速度を向上させ、シリコンインゴットの切削代や切削ピッチを小さくするためには、切削抵抗を低減することが必要である。

【0005】

そこで、固定砥粒ワイヤーと、遊離砥粒を含むスラリー又は濃度が2%以下のKOHアルカリ溶液とを用いてシリコンインゴットを切削する方法が提案されている（例えば、特許文献1を参照）。

【0006】

【特許文献1】特開2000-343525号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかしながら、固定砥粒ワイヤーと遊離砥粒を含むスラリーとを用いる従来の切削方法では、遊離砥粒を運搬する媒体として固定砥粒ワイヤーを単に使用し、遊離砥粒によるラッピング作用でシリコンインゴットを切削しており、見かけ上、固定砥粒ワイヤーによる切削抵抗を下げているに過ぎない。更に、裸のワイヤーを用いる場合に比べ、切削屑や遊離砥粒が排出され難くなつて、スラリー粘度が高くなるという問題がある。その上、固定砥粒ワイヤーは非常に高価であり、これを使用することは著しく経済性を欠いている。

また、固定砥粒ワイヤーとアルカリ溶液とを用いる従来の切断方法では、切断抵抗を十分に下げられないため、ウエハの反り、厚さむら、微小な凹凸、微小クラックが発生しやすいという問題がある。

【0008】

したがって、本発明は、上記のような課題を解決しようとするものであり、シリコンインゴット切断加工時の切断抵抗を低減して、高品質のウエハを効率よく得ることができるシリコンインゴット切削用スラリー及びそれを用いるシリコンインゴットの切断方法を提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明は、砥粒及び塩基性物質を含有するシリコンインゴット切削用スラリーにおいて、前記塩基性物質の含有量が、前記スラリーの液体成分全体の質量に対して少なくとも3.5質量%であること、前記スラリーが、前記スラリーの液体成分中の水分に対して質量比で0.5～5.0の有機アミンを含有すること、及び前記スラリーのpHが12以上であることを特徴とするシリコンインゴット切削用スラリーである。

【0010】

また、本発明は、砥粒及び塩基性物質を含有するシリコンインゴット切削用スラリーを用いてシリコンインゴットを切断する方法において、前記塩基性物質の含有量が、前記スラリーの液体成分全体の質量に対して少なくとも3.5質量%であること、前記スラリーが、前記スラリーの液体成分中の水分に対して質量比で0.5～5.0の有機アミンを含有すること、前記スラリーのpHが12以上であること、及び前記スラリーを65℃～95℃で使用することを特徴とするシリコンインゴットの切断方法である。

【発明の効果】

【0011】

本発明によれば、塩基性物質の含有量を、スラリーの液体成分全体の質量に対して少なくとも3.5質量%とし、スラリーの液体成分中の水分に対して質量比で0.5～5.0の有機アミンを含有させ、且つスラリーのpHを12以上とすることによって、シリコンインゴット切断加工時の切断抵抗を低減することができるので、高品質のウエハを効率よく得ることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

本発明によるシリコンインゴット切削用スラリーは、砥粒及び塩基性物質を含有する。そして、塩基性物質の含有量が、スラリーの液体成分全体の質量に対して、少なくとも3.5質量%であり、スラリーの液体成分中の水分に対して質量比で0.5～5.0の有機アミンを更に含有し、且つスラリーのpHが12以上であることを特徴とする。

【0013】

本発明において、砥粒としては、一般的に研磨材として用いられるものであればよく、例えば、炭化ケイ素、酸化セリウム、ダイヤモンド、窒化ホウ素、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、二酸化ケイ素を挙げることができ、これらを単独で又は二種以上を組み合わせて用いることができる。このような砥粒に用いることのできる化合物は市販されており、具体的には炭化ケイ素としては、商品名GC (Green Silicon Carbide) 及びC (Black Silicon Carbide) ((株)フジミインコーポレーテッド社製)、酸化アルミニウムとしては、商品名FO (Fujimi Optical Emery)、A (Regular Fused Alumina)、WA (White Fused Alumina) 及びPWA (Platelet Calcined Alumina) ((株)フジミインコーポレーテッド社製) 等が挙げられる。

砥粒の平均粒子径は、特に限定されるものではないが、好ましくは1μm～60μm、より好ましくは5μm～20μmである。砥粒の平均粒子径が1μm未満であると、切断速度が著しく遅くなってしまい実用的ではなく、砥粒の平均粒子径が60μmを超えると、切断後のウエハ表面の表面粗さが大きくなり、ウエハ品質が低下してしまうことがあるため好ましくない。

また、砥粒の含有量は、特に限定されるものではないが、シリコンインゴット切削用スラリー全体の質量に対して、好ましくは20質量%～60質量%である。砥粒の含有量が20質量%未満であると、切削速度が遅くなつて、実用性が乏しくなることがあり、砥粒の含有量が60質量%を超えると、スラリーの粘度が過大になつて、スラリーを切削界面に導入し難くなることがある。

【0014】

本発明において、塩基性物質としては、スラリー中で塩基として作用する物質であればよく、例えば、金属水酸化物を挙げることができ、より具体的には、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属水酸化物、水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム、水酸化バリウム等のアルカリ土類水酸化物を挙げることができる。そして、これらを単独で又は二種以上を組み合わせて用いることができる。これらの中でも、シリコンインゴットとの反応性の観点から、アルカリ金属水酸化物が好ましい。

塩基性物質の含有量は、シリコンインゴット切削用スラリーの液体成分全体の質量に対して、少なくとも3.5質量%、好ましくは少なくとも4.0質量%であつて、好ましくは30質量%以下、より好ましくは20質量%以下である。塩基性物質の含有量が少なすぎる場合には、切削抵抗が十分に低減されず、多すぎる場合には、スラリーのpHが飽和してしまい、添加したほどには切削抵抗が低減されず、コストに無駄が多くなつて好ましくない。

【0015】

本発明におけるシリコンインゴット切削用スラリーは、塩基性物質の他に、有機アミンを含有する。本発明において有機アミンは、サンタンガムやポリビニルアルコールのような従来の増粘剤とは異なり、スラリーの化学的作用を高めると共に、切削加工時のスラリーの粘度変化を抑制する物質として作用する。このような有機アミンとしては、公知のものを制限なく使用することができ、例えば、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミンなどのアルカノールアミン類、脂肪族アミン類、脂環式アミン類、芳香族アミン類が挙げられる。そして、これらを単独で又は二種以上を組み合わせて用いることができる。これらの中でも、コストや取り扱い性の観点から、アルカノールアミン類が好ましく、トリエタノールアミンがより好ましい。

スラリー中の有機アミンの含有量は、スラリーの液体成分中の水分に対して質量比で0.5～5.0であり、好ましくは1.0～4.0である。スラリーの液体成分中の水分に対して有機アミンの質量比が0.5未満の場合には、切削加工時のスラリーの粘度変化を十分に抑制することができないばかりか、スラリーの初期粘度が低くなるため好ましくない。また、有機アミンは塩基性物質ほどの強い塩基性を持たないために、スラリーの液体成分中の水分に対して有機アミンの質量比が5.0以下では一種の緩衝作用によってスラリーのpHは大きく変化しない。しかし、スラリーの液体成分中の水分に対して有機アミンの質量比が5.0を越える場合には、スラリーの化学的作用が鈍くなつて、切削速度の低下が起こるため好ましくない。

【0016】

また、本発明によるシリコンインゴット切削用スラリーの初期粘度は、特に限定されるものではないが、回転粘度計（例えば、ブルックフィールド社製、プログラマブルレオメータDV-III）を用いて、90℃、ずり速度57.6 [s⁻¹]において、50～120mPa·sが好ましい。シリコンインゴット切削用スラリーの初期粘度が低過ぎると、ワイヤーに塗布したスラリーが垂れ落ち易くなることがあり、初期粘度が高過ぎると、シリコンインゴット切削部へのスラリー供給量が不足する。また、切削加工中のスラリー粘度は、特に限定されるものではないが、回転粘度計（例えば、ブルックフィールド社製、プログラマブルレオメータDV-III）を用いて、90℃、ずり速度57.6 [s⁻¹]において、160mPa·s以下が好ましく、120mPa·s以下がより好ましい。切削加工中のスラリー粘度が高過ぎると、シリコンインゴット切削部におけるスラリーの均一な分散が妨げられ、切削速度が低下したり、ワイヤーが破断したりすることがある。

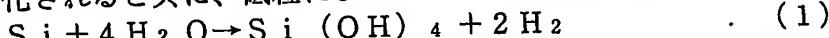
【0017】

本発明において、スラリーの液体成分としては、水、公知のクーラント及びこれらの混合物を用いることができる。ここで用いる水としては、不純物含有量の少ないものが好ましいが、これに限定されるものではない。具体的には、純水、超純水、市水、工業用水等が挙げられる。水の含有量は、特に限定されるものではないが、シリコンインゴット切削用スラリー全体の質量に対して、好ましくは10質量%～40質量%である。

また、クーラントとしては、ポリエチレングリコール、ベンゾトリアゾール、オレイン酸等を含む切削補助混合液として一般的に用いられるものであればよい。このようなクーラントは市販されており、具体的には商品名マルチリカノール（理化商會社製）、ルナクーラント（大智化学産業社製）等が挙げられる。クーラントの含有量は、特に限定されるものではないが、シリコンインゴット切削用スラリー全体の質量に対して、好ましくは10質量%～40質量%である。

[0018]

【0018】 本発明によるシリコンインゴット切削用スラリーは、塩基性物質により強塩基性を有する。そのためシリコンインゴット切断界面は、以下の式(1)に示すような反応によって脆弱化されると共に、砥粒によってラッピングされる。



そして、上式から分かるように、スラリーの pH が高い（強塩基性である）ほど、シリコンの反応がより促進される。このため、本発明によるシリコンインゴット切削用スラリーは、12 以上、好ましくは 13 以上の pH を有する。スラリーの pH が低すぎる場合は、シリコンの反応（脆弱化）速度が低く、切断速度を向上させることができないため好ましくない。

また、本発明のシリコンインゴット切削用スラリーは、65℃～95℃で使用する。スラリーを使用する温度が65℃未満の場合には、反応が活性化されないため切削抵抗が十分に低減されず、95℃を超える場合には、スラリー中の液体成分（主に水分）の蒸発によって反応に必要な水分が不足し、切削抵抗が増大するので、好ましくない。

[0019]

本発明によるシリコンインゴット切削用スラリーには、製品の品質保持および性能安定化を図る目的や、シリコンインゴットの種類、加工条件等に応じて、各種の公知の添加剤を加えてよい。このような添加剤としては、例えば、保湿剤、潤滑剤、防錆剤、エチレンジアミンテトラ酢酸ナトリウム塩のようなキレート剤、ペントナイトのような砥粒分散補助剤等を挙げることができる。

100201

本発明のシリコンインゴット切削用スラリーは、上記の各成分を所望の割合で混合することにより調製することができる。各成分を混合する方法は任意であり、例えば、翼式攪拌機で攪拌することにより行うことができる。また、各成分の混合順序についても任意である。更に、精製などの目的で、調製されたシリコンインゴット切削用スラリーにさらなる処理、例えば、濾過処理、イオン交換処理等を行ってもよい。

[0021]

本発明によるシリコンインゴットの切断方法では切断装置が用いられる。ここで使用される切断装置としては、任意のものを用いることができるが、例えば、バンドソー、ワイヤーソー、マルチバンドソー、マルチワイヤーソー、外周刃切断装置および内周刃切断装置が挙げられる。これらの中でも特に、直径の大きい、例えば、6インチ以上のインゴットを切断する際には、ワイヤーソー及びマルチワイヤーソーが好ましい。その理由は、他の切断装置に比べて、小さい切断代および均一な厚さでインゴットを切断することができ、一度に多数枚のウエハを切断することができるからである。

[0022]

ここで、本発明によるシリコンインゴットの切断方法を、切断装置としてマルチワイヤーソーを用いた場合を例にとって説明する。図1に示すように、マルチワイヤーソー10は、シリコンインゴット2を固定し、押し下げるためのインゴット送り機構1と、裸のワイヤー3を送るためのワイヤー送り機構と、シリコンインゴット切削用スラリーを供給す

るためのスラリー攪拌・供給タンク8と、シリコンインゴット切削用スラリーを裸のワイヤー3に塗布するためのスラリー塗布ヘッド9と、裸のワイヤー3を送り出すためのワイヤー送出機構5と、裸のワイヤー3を巻き取るためのワイヤー巻取機構6と、裸のワイヤー3の張力を一定に保つための張力制御ローラー7とを備えている。そして、ワイヤー送り機構は、同期回転する二本の回転ローラー4を備え、その回転ローラー4の外周にはワイヤー3を案内する溝が形成されている。また、ここで用いる裸のワイヤーとしては、金属製のものや樹脂製のものが挙げられ、切断効率の観点から、金属属性のものがより好ましい。

【0023】

このようなマルチワイヤーソーによりシリコンインゴットを切断する際には、インゴット送り機構1に固定されたシリコンインゴット2を裸のワイヤー3に接触させる。裸のワイヤー3は、ワイヤー送り機構と同期するワイヤー送出機構5から送り出されると共に、ワイヤー巻取機構6で巻き取られる。また、スラリー攪拌・供給タンク8から供給されたシリコンインゴット切削用スラリーは、スラリー塗布ヘッド9を介してワイヤー3上に塗布される。そして、図2に示すように、シリコンインゴット切削用スラリーが、走行する裸のワイヤー3によりシリコンインゴット切断部に運ばれると、シリコンインゴット2がラッピング作用によって削られ、切断される。

【0024】

つぎに、マルチワイヤーソー10を用いるシリコンインゴット2の切断における評価方法について、図3を参照しつつ説明する。図3はマルチワイヤーソー10を用いるシリコンインゴット2の切断における各パラメーターの関係を示す図であり、図3の(a)はシリコンインゴット2の切断方法を示す模式図、図3の(b)は図3の(a)のA-A矢視断面図である。図3において、シリコンインゴット2の送り速度をV、ワイヤー3の送り速度をU、切断抵抗をP、切断方向に直角な方向のワイヤー3の変位を δ_x 、切断方向のワイヤー3の変位を δ_y 、ワイヤー3の張力をTとすると、以下の実験式が一般に知られている。

$$P \propto V/U \quad (3)$$

$$\delta_x \propto P/T \quad (4)$$

$$\delta_y \propto P/T \quad (5)$$

これらの式に基づき、マルチワイヤーソー10を用いるシリコンインゴット2の切断において、切断方向に直角な方向のワイヤー3の変位 δ_x 及び切断方向のワイヤー3の変位 δ_y （撓み）を測定することによって、切断速度や切断抵抗を評価することができる。

【0025】

これを詳細に説明すれば、まず、ワイヤー3によってシリコンインゴット2の切断界面に砥粒22を含むスラリーが導入される。そして、スラリー中の砥粒22の偏在によって、切断方向に直角な方向のワイヤー3の変位 δ_x および切断方向のワイヤー3の変位 δ_y が生じる。 δ_x は切断方向に直角な方向のワイヤー3の変位であるので、この値が大きくなると、シリコンインゴット2を切断して得られるウエハの反り、厚さむら、微小な凹凸（ソーマーク）が発生し、ウエハの品質が低下する。従って δ_x は小さいほどよい。また、 δ_y が大きくなると、切断界面でのワイヤー3に切断方向の遅れがでて、所望の切断速度が得られないため、 δ_y は小さいほどよい。ワイヤー3の張力Tが一定であるとすると、式(4)及び(5)より、 δ_x 及び δ_y を小さくするためには切断抵抗Pを低減すればよい。そして、式(3)から分かるように、切断抵抗Pを低減するには、シリコンインゴット2の送り速度Vを小さくするかワイヤー3の送り速度Uを大きくすれば良いことになる。しかし、シリコンインゴット2の送り速度Vは、シリコンインゴット2の切断速度に比例するため、あまり小さくすることはできない。ワイヤー3の送り速度Uを大きくすると、ワイヤー長を長くする必要が生じ、ワイヤー費用が嵩むことになる。従ってUをあまり大きくすることはできない。このように各パラメーターは各々密接に関係しているので、ウエハの切断効率や品質を考慮した上で、バランスを取るように各パラメーターを設定し、切断速度や切断抵抗の評価を行う。

なお、マルチワイヤーソーを用いる場合を例にとって各パラメーターを説明したが、ワイヤーソーを用いる場合も同様である。

【0026】

また、切断速度や切断抵抗を評価する他の方法として、図4に示すような研磨装置を用いる方法が挙げられる。

研磨装置21は、シリコンインゴット切削用スラリー11を溜めておくためのビーカー12と、前記スラリー11を加熱および磁石回転子13により攪拌するためのヒーター・攪拌器14と、前記スラリー11の温度を測定するための温度計15と、研磨パッド16を貼り付けた回転テーブル17と、前記スラリー11を、送液チューブ18を介して研磨パッド16上に供給するための送液ポンプ19と、シリコンインゴット2を固定し、研磨パッド16に押し付けるための研磨ヘッド20とを備えている。

【0027】

このような研磨装置21においてシリコンインゴット2を研磨する際には、シリコンインゴット切削用スラリー11をヒーター・攪拌器14によって攪拌しながら、加熱する。回転テーブル17を所定の回転数で回転させ、このシリコンインゴット切削用スラリー11を送液ポンプ19で研磨パッド16上に塗布すると共に、研磨ヘッド20先端に固定されたシリコンインゴット2を所定の押圧で研磨パッド16に押し付ける。そして、一定時間経過後のシリコンインゴット2の質量変化から、研磨速度を求めることができ、また、間隔後後のシリコンインゴット表面の微小な凹凸を観察することにより、研磨抵抗の大小（研磨後のシリコンインゴット表面の凹凸を観察することにより、研磨抵抗の大小（これはワイヤーソーを用いる場合の切断抵抗に相当する）を知ることができる。予備実験を行った結果、図4に示す方法で測定した研磨速度E_pとマルチワイヤーソー10（図1）における切断速度E_wとの間に、E_w/E_p=3/5の相関があることが分かった

。したがって、研磨速度およびシリコンインゴット研磨表面の評価によって、ワイヤーソーを用いる場合の切断速度および切断抵抗を評価することができる。

【実施例】

【0028】

以下、実施例により本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

【実施例1】

8質量部の水酸化ナトリウムを100質量部の水に溶解して塩基性水溶液とし、この水溶液と100質量部のトリエタノールアミンと100質量部のポリエチレングリコールとを混合した。この混合溶液に、100質量部のSiC砥粒（フジミインコーポレーテッド社製、GC#1000、平均粒子径約10μm）を加えて攪拌し、シリコンインゴット切削用スラリーを調製した。この時、スラリーの液体成分中の水分に対してトリエタノールアミンの質量比は、100÷100=1.0となる。また、得られたスラリーの25℃におけるpHは13.3であり、90℃、ずり速度57.6 [s⁻¹]における初期粘度は50mPa·sであった。

【0029】

得られたシリコンインゴット切削用スラリーを用いて、下記に示す研磨条件で多結晶シリコンインゴット試料（3mm×3mm×厚さ1mm）を研磨した。スラリーを所定時間毎（0、2、4及び7時間）に採取し、回転粘度計（ブルックフィールド社製、プログラマブルレオメータDV-III）を用いて、ずり速度57.6 [s⁻¹]における粘度を測定した。結果を図5及び表1に示す。

【0030】

〈研磨条件〉

研磨パッド	：直径200mm（ビューラー社製、研磨用バフ、ウルトラパッド
8インチウエハ用）	
試料位置	：パッドの中心から65mm
研磨テーブル回転数	：2.00 rpm

スラリー供給量	: 65 c.c./分
スラリー供給位置	: パッドの中心から 65 mm、試料の 30° 回転後方
スラリー温度	: 90°C
試料押圧	: 10 N

【0031】

【比較例1】

8質量部の水酸化ナトリウムを100質量部の水に溶解して塩基性水溶液とし、この水溶液と、100質量部のポリエチレンリコールと、従来の増粘剤として7.5質量部のポリビニルアルコールゲル（重合度1500のポリビニルアルコールと、水とを質量比1:9で混合しゲル化したもの）とを混合した。この混合溶液に、100質量部のSiC砥粒（フジミインコーポレーテッド社製、GC#1000、平均粒子径約10 μm）を加え、攪拌し、シリコンインゴット切削用スラリーを調製した。得られたスラリーの25°CにおけるpHは13.8であり、また、90°C、ずり速度57.6 [s⁻¹]における初期粘度は30 mPa·sであった。

得られたシリコンインゴット切削用スラリーを用いて、実施例1と同様にして粘度を測定した。結果を図6及び表1に示す。

【0032】

【比較例2】

10.0質量部のポリビニルアルコールゲル（重合度1500のポリビニルアルコールと、水とを質量比1:9で混合しゲル化したもの）を混合する以外は比較例1と同様にして、シリコンインゴット切削用スラリーを調製した。得られたスラリーの25°CにおけるpHは13.8であり、また、90°C、ずり速度57.6 [s⁻¹]における初期粘度は50 mPa·sであった。

得られたシリコンインゴット切削用スラリーを用いて、実施例1と同様にして粘度を測定した。結果を図6及び表1に示す。

【0033】

【比較例3】

15.0質量部のポリビニルアルコールゲル（重合度1500のポリビニルアルコールと、水とを質量比1:9で混合しゲル化したもの）を混合する以外は比較例1と同様にして、シリコンインゴット切削用スラリーを調製した。得られたスラリーの25°CにおけるpHは13.8であり、また、90°C、ずり速度57.6 [s⁻¹]における初期粘度は90 mPa·sであった。

得られたシリコンインゴット切削用スラリーを用いて、実施例1と同様にして粘度を測定した。結果を図6及び表1に示す。

【0034】

【表1】

	スラリー採取時間			
	0時間	2時間	4時間	7時間
実施例1	50 mPa·s	60 mPa·s	90 mPa·s	105 mPa·s
比較例1	30 mPa·s	50 mPa·s	65 mPa·s	105 mPa·s
比較例2	50 mPa·s	90 mPa·s	120 mPa·s	190 mPa·s
比較例3	90 mPa·s	140 mPa·s	205 mPa·s	305 mPa·s

【0035】

図5及び表1から明らかなように、本発明によるシリコンインゴット切削用スラリーでは、研磨加工時間が経過してもスラリーの粘度が大きく上昇することはなかった。従って、このスラリーを用いて、ワイヤーソーによりシリコンインゴットを切断する方法では、スラリーの粘度変化を抑制し、切断性能を長時間にわたって一定に保つことができる。

これに対して、従来の増粘剤であるポリビニルアルコールを用いて粘度を調製したスラリー（比較例1～3）では、研磨加工を長時間行うと、水の蒸発によって粘度が上昇する

と共に、時間の経過に伴って粘度の変化率が増大した。従って、スラリーの粘度変化を小さくすることはできなかった（図6参照）。

【0036】

【実施例2】

実施例1と同様のシリコンインゴット切削用スラリーを用いて、下記に示す研磨条件で多結晶シリコンインゴット試料（3 mm×3 mm×厚さ1 mm）を研磨した。研磨前後の試料の質量変化から研磨量を求め、研磨時間で除して研磨速度を求めた。結果を表2に示す。

<研磨条件>

研磨パッド 8インチウエハ用)	: 直径200 mm (ビューラー社製、研磨用パフ、ウルトラパッド
試料位置	: パッドの中心から65 mm
研磨テーブル回転数	: 200 rpm
研磨時間	: 5分
スラリー供給量	: 65 cc/分
スラリー供給位置	: パッドの中心から65 mm、試料の30°回転後方
スラリー温度	: 80 °C
試料押圧	: 10 N

【0037】

次に、得られたウエハを水で洗浄して、乾燥させた後、顕微鏡にてインゴットの研磨表面を観察し、以下の基準で評価した。結果を表2に示す。

<評価基準>

- : インゴットの研磨表面に凹凸が少ない
- △: インゴットの研磨表面に凹凸が多い
- ×: インゴットの研磨表面に凹凸が極めて多い

【0038】

【比較例4】

258質量部のクーラント（大智化学産業社製、ルナクーラント#691）に100質量部のSiC砥粒（フジミインコーポレーテッド社製、GC#1000、平均粒子径約10 μ m）を加えて攪拌し、シリコンインゴット切削用スラリーを調製した。得られたスラリーの25°CにおけるpHは6.7であった。

得られたスラリーを25°Cで用いる以外は実施例2と同様にして、多結晶シリコンインゴット試料を研磨した。結果を表2に示す。

【0039】

【比較例5】

97質量部の水と3.0質量部のトリエタノールアミンと100質量部のクーラント（大智化学産業社製、ルナクーラント#691）とを混合した。この混合溶液に100質量部のSiC砥粒（フジミインコーポレーテッド社製、GC#1000、平均粒子径約10 μ m）を加えて攪拌し、シリコンインゴット切削用スラリーを調製した。この時、スラリーの液体成分中の水分に対してトリエタノールアミンの質量比は、3.0 ÷ 100 = 0.03となる。また、得られたスラリーの25°CにおけるpHは10.5であった。

得られたスラリーを用いて実施例2と同様にして、多結晶シリコンインゴット試料を研磨した。結果を表2に示す。

【0040】

【表2】

	スラリー 温度	評価	
		研磨速度[$\mu\text{m}/\text{分}$]	インゴットの研磨表面
実施例2	80	25	○
比較例4	25	17	△
比較例5	80	18	×

[0 0 4 1]

表2から明らかなように、本発明によるシリコンインゴット切削用スラリーは、研磨速度が従来の砥粒含有スラリー（比較例4）の約1.5倍と高く、研磨表面に凹凸が少なかつた。したがって、このスラリーを用いて、ワイヤーソーによりシリコンインゴットを切断する方法では、ウエハの生産効率を向上させることができ、且つ切断抵抗を低減することができる。また、切断抵抗を小さくした分だけ、インゴットの送り速度を大きくすることができるので、切断速度を更に高めることもできる。

これに対して、トリエタノールアミン含有量の異なるスラリー（比較例5）では研磨速度が低く、研磨表面に凹凸が多かった。

【図面の簡単な説明】

四庫全書

【図1】本発明の一実施形態で用いたマルチワイヤーソーの概略図である。

本発明の一実施形態によつて、本発明の一実施形態におけるシリコンゴムの切断部拡大図である。

【図2】本発明の一実施形態におけるシリコンインゴットの切断における各パラメーターの関係を示す図である。

【図1】本発明の一実施形態で用いた研磨装置の概略図である。

本発明の一実施形態で用いた研磨装置の磨削部におけるシリコンゴム切削用スラリーの粘度を示すグラフで

【図5】実施例1におけるシリコンインゴット切削前用スリーブの粘度(%)である。

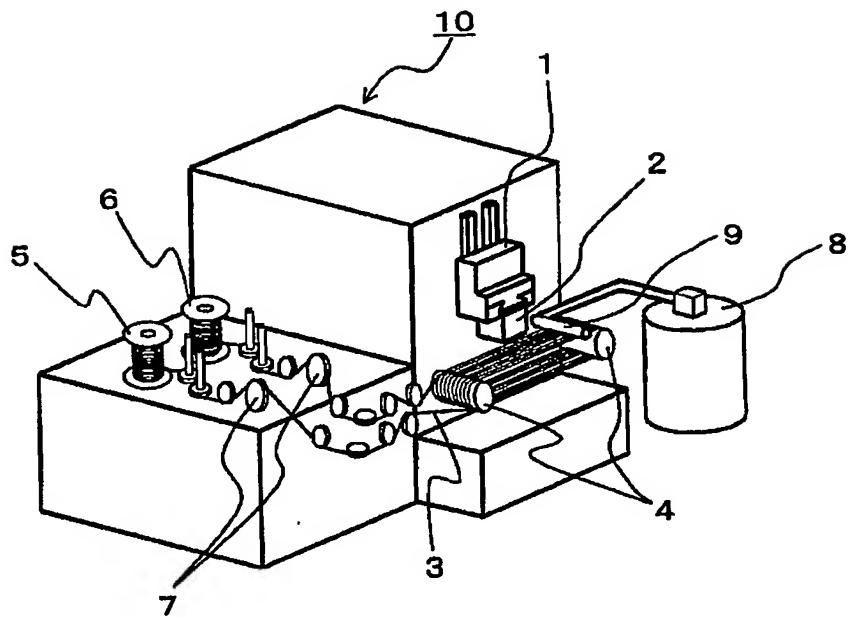
【図6】比較例1、2及び3におけるシリコンインゴット切削用スラリーの粘度を示すグラフである。

【符号の説明】

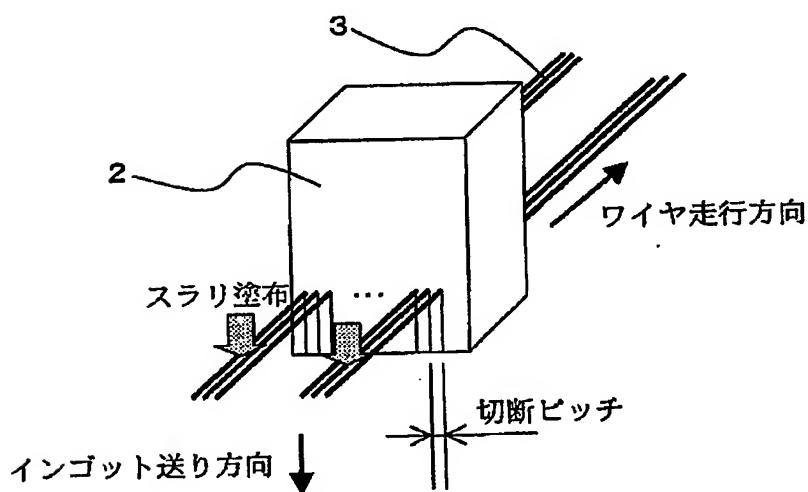
村弓の説明

【0043】 1 インゴット送り機構、2 シリコンインゴット、3 ワイヤー、4 回転ローラー、5 ワイヤー送出機構、6 ワイヤー巻取機構、7 張力制御ローラー、8 スラリー攪拌・供給タンク、9 スラリー塗布ヘッド、10 マルチワイヤーソー、11 シリコンインゴット切削用スラリー、12 ピーカー、13 磁石回転子、14 ヒーター・攪拌器、15 温度計、16 研磨パッド、17 回転テーブル、18 送液チューブ、19 送液ポンプ、20 研磨ヘッド、21 研磨装置、22 砥粒。

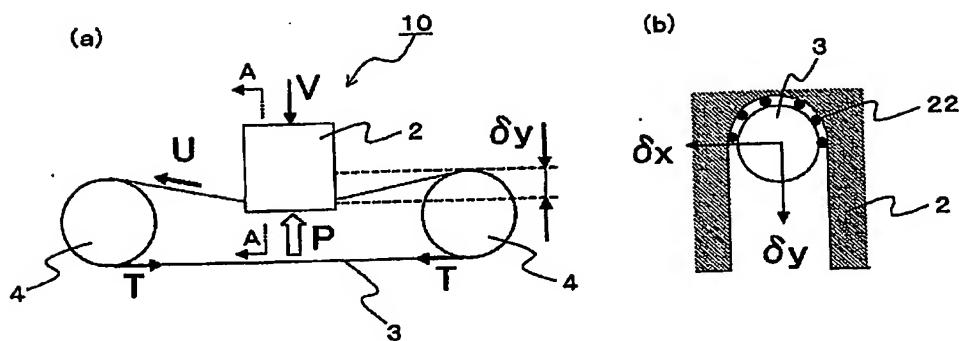
【書類名】 図面
【図 1】



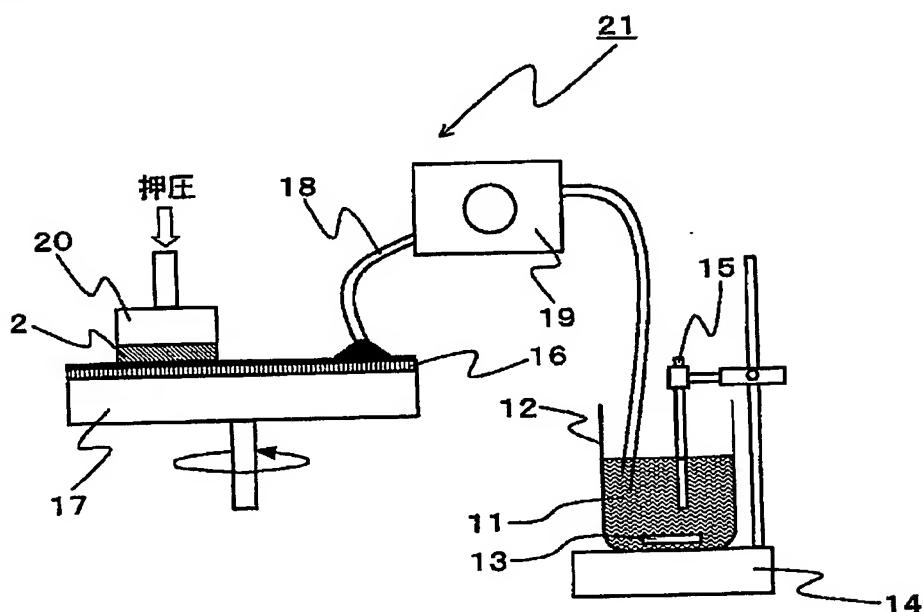
【図 2】



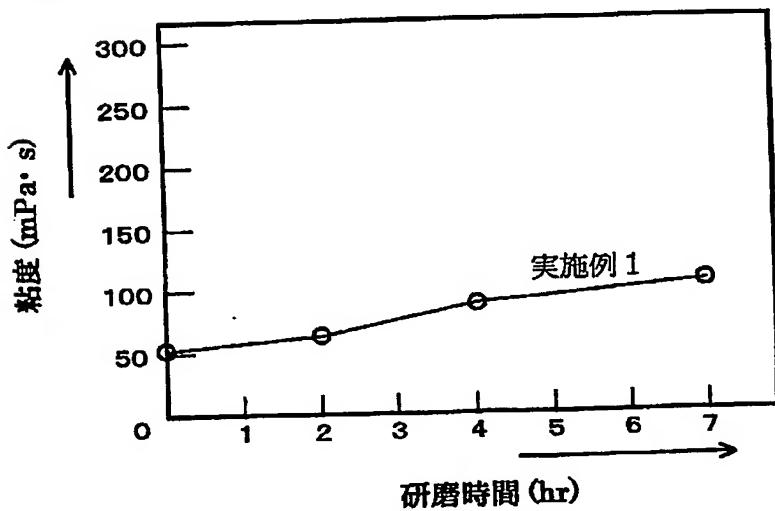
【図3】



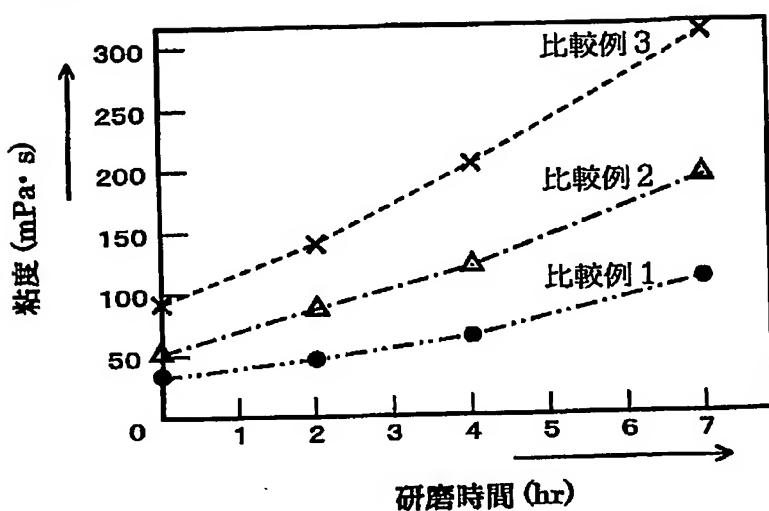
〔四四〕



【図5】



【図 6】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】シリコンインゴット切断加工時の切斷抵抗を低減して、高品質のウエハを効率よく得ることができるシリコンインゴット切削用スラリー及びそれを用いるシリコンインゴットの切斷方法を提供すること。

【解決手段】砥粒及び塩基性物質を含有するシリコンインゴット切削用スラリーにおいて、前記塩基性物質の含有量が、前記スラリーの液体成分全体の質量に対して少なくとも3.5質量%であり、前記スラリーの液体成分中の水分に対して質量比で0.5～5.0の有機アミンを含有し、且つスラリーのpHが12以上であることを特徴とする。上記スラリーを65℃～95℃で使用する。

【選択図】なし

特願 2003-356750

出願人履歴情報

識別番号 [000006013]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住所 東京都千代田区丸の内2丁目2番3号
氏名 三菱電機株式会社